

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-61554

(43)公開日 平成11年(1999) 3月5日

(51)Int.Cl.*

識別記号

F I

D 0 1 F 6/06

D 0 1 F 6/06

Z

C 0 4 B 16/06

C 0 4 B 16/06

B

D 0 1 F 6/46

D 0 1 F 6/46

B

審査請求 未請求 請求項の数2 F D (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平9-236563

(22)出願日 平成9年(1997) 8月18日

(71)出願人 596133485

日本ポリケム株式会社

東京都千代田区有楽町一丁目10番1号

(72)発明者 小林 賢治

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番1号 日

本ポリケム株式会社川崎技術センター内

(72)発明者 松村 徹

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番1号 日

本ポリケム株式会社川崎技術センター内

(72)発明者 畑 俊邦

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番1号 日

本ポリケム株式会社川崎技術センター内

(74)代理人 弁理士 河備 健二

(54)【発明の名称】 高耐熱性ポリプロピレン繊維

(57)【要約】

【課題】 セメント補強用繊維状物として、オートクレーブ養生温度170℃以上で融解しないポリプロピレン繊維状物、特に175～180℃のオートクレーブ養生時に形態保持性に優れた新規ポリプロピレン繊維もしくはヤーンを提供する。

【解決手段】 アイソタクチックペンタッドフラクションが96%以上でかつメルトフローレイトが0.3～30g/10分を満たすホモポリプロピレン100重量部にβ晶を形成させる造核剤を0.001～5重量部添加したポリプロピレン樹脂組成物を溶融成形後、延伸してなる高耐熱性ポリプロピレン繊維もしくはヤーンで、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態は保持されている。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アイソタクチックペンタッドフラクションが96%以上でかつメルトフローレイトが0.3~30g/10分を満たすホモポリプロピレン100重量部にβ晶を形成させる造核剤を0.001~5重量部添加したポリプロピレン樹脂組成物を溶融成形後、延伸してなる高耐熱性ポリプロピレン繊維もしくはヤーン。

【請求項2】 セメント補強用繊維として用いる請求項1記載の高耐熱性ポリプロピレンもしくはヤーン。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高耐熱性ポリプロピレン繊維もしくはヤーンに関し、特にセメント補強用繊維もしくはヤーンに関する。

【0002】

【従来の技術】セメント補強用繊維としては、従来アスベストが使用されていたが、アスベストは人体に悪影響を与えるためにその使用が規制され、この代替として近年ポリオレフィン繊維が使用され始めている。セメントはその成形を行う段階で、養生過程を必要とする。養生はオートクレーブ内(10kgf/cm²)で170~180℃、数十時間行うものである。しかしながら通常のポリプロピレン繊維では融点が160~165℃であるため、この養生に耐えきれず融解してしまい、養生終了後にコンクリート中にポリプロピレンが繊維として存在しない問題が生じてくる。コンクリートの養生温度を165~170℃に下げれば、ポリプロピレン繊維が溶融することなく養生を行うことが出来るが、これでは養生に長時間必要で生産性低下を引き起こす。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記の観点から、セメント補強用繊維状物として、オートクレーブ養生温度170℃以上で融解しないポリプロピレン繊維状物、特に175~180℃のオートクレーブ養生時に形態保持性に優れた新規ポリプロピレン繊維もしくはヤーンを提供するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を達成すべく鋭意研究を行った結果、特定の立体規則性を持ったポリプロピレンにβ晶核剤を添加することによって高耐熱性ポリプロピレン繊維が得られることを見出し、本発明を完成した。すなわち、本発明は、アイソタクチックペンタッドフラクションが96%以上でかつメルトフローレイトが0.3~30g/10分を満たすホモポリプロピレン100重量部にβ晶を形成させる造核剤を0.001~5重量部添加したポリプロピレン樹脂組成物を溶融成形後、延伸してなる高耐熱性ポリプロピレン繊維もしくはヤーンである。

【0005】

【発明の実施の形態】

1. ポリプロピレン樹脂

本発明におけるポリプロピレン樹脂は、立体規則性の指標であるアイソタクチックペンタッドフラクション(以下、IPFという)が96%以上でかつメルトフローレイト(以下、MFRという)が0.3~30を満たすホモポリプロピレンである。IPFが96%未満であると、当該ポリプロピレン樹脂及びその成形物の融解温度が低く、セメント補強材として好ましくない。MFRが0.3未満であると、溶融成形(おもに繊維の紡糸)時にダイス出口の圧力が上昇しすぎるため好ましくない。また、MFRが30を超えると、ポリプロピレン中の高分子量成分が少なくなり、延伸後の繊維又はヤーンに配向結晶が少なく、その結果繊維又はヤーンの融解温度が低くなり、セメント補強材として好ましくない。更に、ポリプロピレンの分子量分布(Mw/Mn)は、3.5~1.2が好ましく、特に4~9が好ましい。

【0006】2. β晶核剤

本発明において用いるβ晶を形成させる造核剤としては、一般式(1)又は(2)で表される一種若しくは二種以上のアミド系化合物である。



〔式中、R¹は炭素数1~24の飽和若しくは不飽和の脂肪族カルボン酸残基、炭素数4~28の飽和もしくは不飽和の脂環族ジカルボン酸残基又は炭素数6~28の芳香族ジカルボン酸残基を表す。R²、R³は同一又は異なって、炭素数3~18のシクロアルキル基、炭素数3~12のシクロアルケニル基、一般式a、一般式b、一般式c又は一般式dで示される基を表す。〕

【0007】

【化1】



〔式中、R⁴は炭素数1~12の直鎖もしくは分岐鎖状のアルキル基又は炭素数2~12の直鎖状もしくは分岐状のアルケニル基、炭素数6~10のシクロアルキル基又はフェニル基を表す。〕

【0008】

【化2】



〔式中、R⁵は一般式aにおけるR⁴と同義である。〕

【0009】

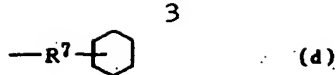
【化3】



〔式中、R⁶は炭素数1~4の直鎖状又は分岐状のアルキレン基を表す。〕

【0010】

【化4】



〔式中、R⁷は一般式cにおけるR⁶と同義である。〕

【0011】



〔式中、R⁸は一般式(1)におけるR¹と、R⁹は一般式(1)におけるR²と、R¹⁰は一般式(1)におけるR³とそれぞれ同義である。〕

具体的には、N, N'-ジシクロヘキシル-2, 6-ナフタレンジカルボキシアミド、N, N'-ジシクロヘキシルテレフタルアミド、N, N'-ジフェニルヘキサジアミド、N, N'-ジシクロヘキサカルボニル-p-フェニレンジアミン、N, N'-ジベンゾイル-1, 4-ジアミノシクロヘキサン等が挙げられ、これらのβ晶造核剤として、新日本理化学(株)よりエヌジェスター(商品名)として販売されている。

【0012】本発明において、β晶核剤の使用量はポリプロピレン樹脂100重量部に対して0.001~5重量部、好ましくは0.005~1重量部である。0.001重量部未満では、未延伸糸又はヤーン中にβ晶が生成し難く、5重量部を超えて含有しても効果の優位性は認められず、逆に紡糸時に糸切れなどを引き起こす。当該造核剤は、ポリプロピレン樹脂調製時に配合してもよいし、別途調製した樹脂に添加してもよい。

【0013】3. その他の添加剤

本発明のポリプロピレン樹脂延伸繊維又はヤーンには、使用目的に応じて適宜従来公知のポリオレフィン用改質剤を併用することができる。例えば酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤、有機カルボン酸、帯電防止剤、界面活性剤、中和剤、分散剤、エポキシ安定剤、可塑剤、滑剤、抗菌剤、難燃剤、充填剤、発泡剤、発泡助剤、架橋剤、架橋助剤、顔料等である。酸化防止剤としては、フェノール系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、イオウ系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤及びビタミン類などが挙げられる。分散剤をかねた中和剤としては、金属石鹸、ハイドロタルサイト類、リチウムアルミニウム複合水酸化物塩、ケイ酸塩、金属酸化物、金属水酸化物などが挙げられる。また、セメント中での繊維又はヤーンの分散性を向上させるために、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド等の親水性のポリマーを0.1~20重量部の範囲内で添加することも有効である。

【0014】4. ポリプロピレン繊維又はヤーンの製造方法

(1) 未延伸成形体の製造

未延伸繊維の成形は溶融成形で、一般に溶融押出成形により行われる。例えば紡糸口金を通してポリプロピレンを溶融押出する事により延伸用フィラメントが得られ、またフラットダイあるいはリングダイを通してポリプロピレンを押し出すことにより延伸用ヤーンが得られる。また、インフレーションフィルム成形後に裁断すること

により延伸用スプリットヤーンが得られる。本発明のβ晶核剤含有ポリプロピレン組成物を用い、このようにして得られた未延伸ポリプロピレン成形体の延伸性を向上させるために、未延伸成形体の結晶系のβ晶化をさらに促進することが好ましい。そのためには未延伸フィラメントあるいはヤーン成形時に比較的徐冷することが望ましい。β晶の生成促進の手法として紡糸ノズル直下を加熱保温することも有効な方法である。

【0015】(2) 延伸操作

延伸操作は1段あるいは2段以上の多段で行うことができる。延伸温度は70~150℃の範囲で、オープン内、熱板、遠赤外線などを熱源として行う。延伸倍率は、繊維の場合1.5~10倍、好ましくは2~7倍、ヤーンの場合は2~16倍、好ましくは4~14倍である。

【0016】(3) 熱処理

このようにして得られたポリプロピレン繊維又はヤーンは所望により(拘束条件下で)熱処理を施すことができる。この熱処理は一般に140~170℃、好ましくは150~165℃の範囲内で、0.5~30分、好ましくは1~20分行う。この熱処理により配向結晶部の結晶化が進行し更なる高融点化がもたらされる。オートクレープ養生する場合、170~180℃の目的温度までゆっくりと2~5時間掛けて上げていくため、結果的にポリプロピレン繊維に熱処理を施しているのと同じ状況となっている。このため、熱処理を、オートクレープ養生時に兼ねて行ってもよい。

【0017】5. 本発明の繊維又はヤーンがセメント補強材として適用されるセメント

本発明の繊維又はヤーンがセメント補強材として適用されるセメントとしては、例えば、通常ポルトランドセメント、白色ポルトランドセメント、アルミナセメント、シリカセメント、マグネシアセメント、ボゾランセメントなどの水硬性セメント、石膏、石炭などの気硬性セメント、耐酸セメントなどの特殊セメントなどを挙げることができる。また、上記セメントを用いたセメント組成物としては、例えば、上述したセメントのうち一種または二種以上に炭酸カルシウム、水酸化マグネシウムまたはチタンホワイトなどの無機材料や、必要に応じて小石、砂などの骨材、パラフィン、ワックス、レゾール型フェノール樹脂などの熱硬化性水溶性樹脂、各種のポリマーエマルジョン、硬化促進剤、硬化遅延剤、減水剤などを配合することにより得ることができる。このセメント組成物を硬化させる場合には、セメント組成物に水を加える際のセメントと水との混合比、いわゆるC/W比は1~10の範囲とすることが好ましい。C/W比が1以下では水の量が多くなりすぎ、セメント硬化物の強度が十分に高くならず、10より大きくなるとセメント組成物の流動性が悪化する。

【0018】6. 本発明の繊維又はヤーンをセメント補

強材として用いるの使用態様

本発明の繊維又はヤーンをセメント補強材として用いるに際しては、繊維又はヤーンの形状によって使用する形態が異なる。ヤーンをセメント補強材とした場合には、上記セメント組成物が完全に硬化していない段階で、本発明に係わるセメント補強材をロックボルトなどによりセメント組成物の半硬化物に固定し、さらにセメント組成物を供給する方法などが用いられる。

【0019】また、繊維をセメント補強材とした場合には、好ましくはセメント補強材繊維を3~30mm程度の長さで切断した後、上記セメント組成物中に混入して用いられたい。この場合、繊維長が30mmより長いと、セメント組成物中に均一に分散しづらくなり、逆に3mmより短くなると十分な補強効果を得ることが出来なくなることがある。また、繊維のセメント補強材を混入させる量については、繊維セメント補強材の量が少なすぎると、十分な補強効果を得ることが出来ず、多すぎるとセメント補強材が均一に分散しづらくなる。従って、セメント組成物100重量部に対し、セメント補強材繊維の混入量は0.5~30重量部の範囲であるが、より好ましくは1~15重量部である。

【0020】7. 本発明の繊維又はヤーンをセメント補強材として用いたセメント製品

本発明の繊維又はヤーンをセメント補強材として上記セメント組成物に適用することにより得られる製品としては、種々のセメント製品が挙げられる。例えば、テトラポットなどの水中構造物、橋梁、トンネルなどの道路や鉄道用構造物、ビル、住宅及び壁面など建造物、護岸ブロック、瓦などを挙げることが出来る。

【0021】

【実施例】以下に、実施例で本発明を詳細に説明する。実施例における試験法は以下の通りである。

(1) IPF: *Macromolecules*, 6, 925 (1973) に記載の¹³C-NMRスペクトル法により求めた。すなわち、¹³C-NMRスペクトルにおいて5個連続したプロピレン単量体単位を示すピークからアイソタクチック結合に相当するピーク分率を求めた。ピークの帰属は、*Macromolecules*, 8, 687 (1975) に記載の方法にて行った。

(2) MFR: JIS K 7210により荷重2.1 40 6kg、230℃にて測定した。

(3) DSC測定: サンプル(延伸繊維もしくはヤーン)約10mgについて、室温から走査速度10℃/分にて210℃まで昇温して測定した。

(4) 分子量分布: GPCにて測定した。

(5) 紡糸性: 連続60分間紡糸時に30本中3本以上断糸した場合を×とした。

(6) 最高延伸倍率の評価: 延伸工程において、20分間延伸による糸切れが生じない上限の倍率とした。

(7) オートクレーブ養生後の繊維形態評価手法: 養生 50

後のコンクリートテストピースを割り、その断面に残っている繊維形状で評価した。すなわち、ほぼ全部繊維状態で残っているものを○、半分程度まで繊維状態で残っているものを△、半分も残っていないものを×とした。

【0022】実施例1

IPFが96%、MFRが2g/10分、分子量分布(Mw/Mn)が6のホモポリプロピレン100重量部に、酸化防止剤としてIr1010及びIr168(チバガイギー製)を各々0.05重量部、中和剤としてカルシウムステアレート0.05重量部、及びβ晶核剤エヌジェスター(新日本理化(株)製)を0.1重量部加え、スーパーミキサーを用いてブレンドした後、50mmφの押出成形機にて230℃、75rpmのスクリュウ回転数で溶融混練し、ペレット状のポリプロピレンを得た。

【0023】これをギアポンプ付きマルチフィラメント紡糸機(ダイス: 0.8mmφ×30穴)を用いて、紡糸温度290℃、巻取速度300m/分で溶融紡糸し、約20デニールの未延伸糸を得た。次いで、フィードスピード50m/分、フィードロール温度90℃、延伸点のヒーター温度130℃、ドローロール温度110℃の条件下で延伸を行った。最高延伸倍率は5倍で、4.5倍延伸糸を得た。上記のようにして得られた延伸繊維を長さ15mmに切断した後、ボルトランドセメント(秩父小野田(株)製)、8号珪砂及び水を重量比で、ボルトランドセメント:珪砂:水=100:100:60となるように配合してなるセメント組成物中に混入させた。なお、セメント組成物と上記繊維状セメント補強材との混合比は、重量比でセメント組成物:繊維状セメント補強材=100:1とした。

【0024】上記のようにして得られたセメント-繊維状セメント補強材混合物を、長さ80mm、幅30mm、高さ20mmの型枠中に流し込み、次のような常圧蒸気養生1日、次いでオートクレーブ養生を1日行った。

常圧蒸気養生: 23℃で2~5時間前養生した後、65℃まで20℃/時間の速度で上げた後、3~5時間等温養生。その後10~15時間かけ23℃までゆっくりと冷却。

オートクレーブ養生: 脱型した後、オートクレーブ釜へ投入。3~6時間かけて180℃、10気圧まで加熱、加圧した後、3~5時間等温等圧。その後、釜の外壁の空間に水を張り7~10時間かけて冷却。

【0025】DSC測定による繊維状セメント補強材そのものの融解ピーク、終了温度はそれぞれ180℃、184℃で、従来に比べ格段の融点上昇がみられ、その結果、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態を保持していることが確認された。結果を表1に示す。

【0026】実施例2~4

β晶核剤エヌジェスター添加量を0.005、1、5重量部とした以外は、実施例1と同様にして延伸倍率4～4.5倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ176～180℃、180～184℃と格段の融点上昇が見られ、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態を保持していることが確認された。結果を表1に示す。

【0027】実施例5

IPFが96.3%、MFRが2g/10分、分子量分布が12のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率4.2倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ181℃、184℃と格段の融点上昇が見られ、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態を保持していることが確認された。結果を表1に示す。

【0028】実施例6

IPFが97.0%、MFRが15g/10分、分子量分布が6.2のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率5.5倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ177℃、181℃と格段の融点上昇が見られ、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態を保持していることが確認された。結果を表1に示す。

【0029】実施例7

IPFが97.3%、MFRが30g/10分、分子量分布が4.5のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率6倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ176℃、180℃と格段の融点上昇が見られ、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態を保持していることが確認された。結果を表1に示す。

【0030】比較例1

IPFが92.0%、MFRが2g/10分、分子量分布が6のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率4.5倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ160℃、165℃と融点は低く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持されていないことが確認された。結果を表1に示す。

【0031】比較例2

IPFが96.8%、MFRが100g/10分、分子

量分布が6.2のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率6.5倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ166℃、169℃と融点は低く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持されていないことが確認された。結果を表1に示す。

【0032】比較例3

10 β晶核剤エヌジェスターの添加量を8重量部とした以外は、実施例1と同様にして延伸倍率4.5倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ180℃、184℃と融点は高く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持されていることが確認されたが、紡糸時に糸切れが多発するといった紡糸性に問題が発生した。結果を表1に示す。

【0033】比較例4

20 β晶核剤エヌジェスターの添加量を0.0007重量部とした以外は、実施例1と同様にして延伸倍率3.2倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ172℃、176℃で、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持性は芳しくなかった。結果を表1に示す。

【0034】比較例5

30 β晶核剤エヌジェスターの代わりにソルビトール系造核剤を0.2重量部用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率3倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ171℃、176℃で、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持性は芳しくなかった。結果を表1に示す。

【0035】比較例6

40 β晶核剤エヌジェスターの代わりにリン系造核剤であるNA11(旭電化工業(株)製)を0.2重量部用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率3倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ172℃、177℃で、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態の保持性は芳しくなかった。結果を表1に示す。

【0036】比較例7

IPFが97.0%、MFRが15g/10分、分子量分布が6.2のホモポリプロピレンを用い、β晶核剤エヌジェスターの代わりにソルビトール系造核剤を0.2重量部用いた以外は、実施例1と同様にして延伸倍率450 倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様に

して試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ171℃、175℃と融点は低く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持されていないことが確認された。結果を表1に示す。

【0037】比較例8

IPFが97.1%、MFRが30g/10分、分子量分布が4.5のホモポリプロピレンを用い、β晶核剤エヌジェスターの代わりにリン系造核剤であるNA11

(旭電化工業(株)製)を0.2重量部用いた以外は、*10

	IPF (%)	MFR (g/10分)	Mw / Mn	造核剤A (重量部)	造核剤B (重量部)	造核剤C (重量部)	紡糸性	最高延伸倍率	延伸倍率	熱処理	融解ピーク温度(℃)	融解終了温度(℃)	180℃、10気圧オートクレーブ養生時の繊維の形態保持性
実施例1	96	2	6	0.1	—	—	○	5	4.5	有	180	184	○
実施例2	96	2	6	0.005	—	—	○	4.5	4	有	175	180	○
実施例3	96	2	6	1	—	—	○	5	4.5	有	180	184	○
実施例4	96	2	6	5	—	—	○	5	4.5	有	180	184	○
実施例5	96.3	2	12	0.1	—	—	○	4.7	4.2	有	181	184	○
実施例6	97	15	6.2	0.1	—	—	○	6	5.5	有	177	181	○
実施例7	97.1	30	4.5	0.1	—	—	○	8.5	6	有	175	180	○
比較例1	82	2	6	0.1	—	—	○	5	4.5	有	160	165	×
比較例2	98.8	100	6.2	0.1	—	—	○	7	6.5	有	166	169	×
比較例3	96	2	6	8	—	—	×	5	4.5	有	180	184	○
比較例4	96	2	6	0.0007	—	—	○	3.7	3.2	有	172	176	△
比較例5	96	2	6	—	0.2	—	○	3.5	3	有	171	176	△
比較例6	96	2	6	—	—	0.2	○	3.5	3	有	172	177	△
比較例7	97	15	8.2	—	0.2	—	○	4.5	4	有	171	175	△
比較例8	97.1	30	4.5	—	—	0.2	○	5	4.5	有	172	178	△

熱処理を160℃にて5分間行った。

造核剤A：β晶造核剤（エヌジェスター）

造核剤B：ソルビトール系造核剤

造核剤C：リン系造核剤（NA 11）

【0039】実施例8

実施例1で調製したペレット状のポリプロピレンを用い、押出温度230℃、ブローアップ比0.90でインフレーションフィルムを成形したのち、これを幅方向に裁断し、延伸を施した。延伸は熱板135℃、熱セット（熱処理）温度150℃、巻き取りロールスピードは100m/分とし、繰出ロールスピードを調整し延伸倍率を決定した。こうして、最高延伸倍率13倍で、12倍延伸ヤーンを得た。前記延伸ヤーンをセメント補強材として実施例1と同様にして、試験サンプルを得た。

【0040】その結果、DSC測定による延伸テープの融解ピーク、終了温度はそれぞれ180℃、183℃と融点は高く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持されていることが確認された。結果を表2に示す。

【0041】実施例9～11

β晶核剤エヌジェスター添加量を0.005、1、5重量部とした以外は、実施例8と同様にして延伸倍率12～12.5倍のヤーン状セメント補強材を得、かつ実施

*実施例1と同様にして延伸倍率4.5倍の繊維状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ172℃、176℃と融点は低く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその繊維形態は保持されていないことが確認された。結果を表1に示す。

【0038】

【表1】

※例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による補強材の融解ピーク、終了温度はそれぞれ177～180℃、181～183℃と格段の融点上昇が見られ、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその形態を保持していることが確認された。結果を表2に示す。

【0042】実施例12

IPFが97.0%、MFRが15g/10分、分子量分布が6.2のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例8と同様にして延伸倍率13倍のヤーン状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ177℃、181℃と格段の融点上昇が見られ、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその形態を保持していることが確認された。結果を表2に示す。

【0043】比較例9

IPFが92.0%、MFRが2g/10分、分子量分布が6のホモポリプロピレンを用いた以外は、実施例8

と同様にして延伸倍率12.5倍のヤーン状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ162℃、167℃と融点は低く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてもその繊維形態は保持されていないことが確認された。結果を表2に示す。

【0044】比較例10

IPFが96.8%、MFRが100g/10分、分子量分布が6.2のホモポリプロピレンでは、インフレーションフィルム成形が出来ず評価不可能であった。結果を表2に示す。

【0045】比較例11

エヌジェスターの代わりにソルビトール系造核剤を0.2重量部とした以外は、実施例8と同様にして延伸倍率8倍のヤーン状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ170℃、175℃で、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその形態の保持性は芳しくなかった。結果を表2に示す。

*【0046】比較例12

エヌジェスターの代わりにNA11を0.2重量部とした以外は、実施例8と同様にして延伸倍率8倍のヤーン状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ172℃、176℃で、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその形態の保持性は芳しくなかった。結果を表2に示す。

【0047】比較例13

IPFが97.0%、MFRが15g/10分、分子量分布が6.2のホモポリプロピレンを用い、エヌジェスターの代わりにソルビトール系造核剤を0.2重量部とした以外は、実施例8と同様にして延伸倍率8倍のヤーン状セメント補強材を得、かつ実施例1と同様にして試験サンプルを得た。その結果、DSC測定による融解ピーク、終了温度はそれぞれ171℃、175℃と融点は低く、180℃におけるオートクレーブ養生後においてその形態は保持されていないことが確認された。結果を表2に示す。

【0048】

* 【表2】

	IPF (%)	MFR (g/10分)	Mw / Mn	造核剤A (重量部)	造核剤B (重量部)	造核剤C (重量部)	成形性	最高延伸倍率	延伸倍率	熱処理	融解ピーク温度(℃)	融解終了温度(℃)	180℃、10気圧オートクレーブ養生時の繊維の形態保持性
実施例8	96	2	6	0.1	—	—	○	13.4	12.5	有	180	183	○
実施例9	96	2	6	0.005	—	—	○	13	12	有	177	181	○
実施例10	96	2	6	1	—	—	○	13.5	12.5	有	180	183	○
実施例11	96	2	6	5	—	—	○	13.5	12.5	有	180	183	○
実施例12	97	15	6.2	0.1	—	—	○	14	13	有	177	181	○
比較例9	92	2	6	0.1	—	—	○	13.5	12.5	有	162	167	×
比較例10	96.8	100	6.2	0.1	—	—	×	—	—	—	—	—	—
比較例11	96	2	6	—	0.2	—	○	9	8	有	170	175	△
比較例12	96	2	6	—	—	0.2	○	9	8	有	172	176	△
比較例13	97	15	6.2	—	0.2	—	○	9	8	有	171	175	△

熱処理を150℃にて5分間行った。

造核剤A：β品造核剤（エヌジェスター）

造核剤B：ソルビトール系造核剤

造核剤C：リン系造核剤（NA 11）

【0049】

【発明の効果】本発明のポリプロピレン繊維もしくはヤーンは、高立体規則性のポリプロピレンにβ品核剤を添加した組成物から得られた高耐熱性繊維もしくはヤーン※

※であり、セメント補強材として用いると、過酷な養生下においてもその繊維形態が維持され、セメント補強材としてその効果を十分に発揮できる。

PAT-NO: JP411061554A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11061554 A

TITLE: HIGHLY HEAT-RESISTANT POLYPROPYLENE
FIBER

PUBN-DATE: March 5, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KOBAYASHI, KENJI

MATSUMURA, TORU

HATA, TOSHIKUNI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

NIPPON PORIKEMU KK

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP09236563

APPL-DATE: August 18, 1997

INT-CL (IPC): D01F006/06, C04B016/06 , D01F006/46

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polypropylene fibrous material which does not melt at $\geq 170^{\circ}\text{C}$ autoclave curing temperature, especially polypropylene fiber or yarn excellent in shape retaining property in autoclave curing at $175\text{--}180^{\circ}\text{C}$ as fibrous material for reinforcing cement.

SOLUTION: This highly heat-resistant polypropylene fiber or yarn is obtained by melt-molding a polypropylene resin composition obtained by adding 0.001-5 pts.wt. nucleating agent forming β crystal to 100

pts.wt.
homopolypropylene having $\geq 96\%$ isotactic pentad fraction
and satisfying
0.3-30 g/10 min melt flow rate and drawing the molded
material. In the fiber
or yarn, the fiber shape is retained even in autoclave
curing at 180°C .

COPYRIGHT: (C)1999,JPO